

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

Reference (2)

Translate

WB same method

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 62091500 A

(43) Date of publication of application: 25 . 04 . 87

(51) Int. Cl

C30B 29/62

C30B 29/16

(21) Application number: 60231743

(71) Applicant: ALPS ELECTRIC CO LTD

(22) Date of filing: 17 . 10 . 85

(72) Inventor: KAMIJO YOSHIMI

(54) SELENIUM OXIDE WHISKER AND ITS
PRODUCTION

(57) Abstract:

PURPOSE: To efficiently obtain the titled whisker of great use as the filler of plastics by heating selenium oxide powder or metallic selenium powder in a (non)oxygen-contg. atmosphere, subliming or vaporizing the powder, and then depositing the whisker on a whisker-forming body.

at $\geq 250^{\circ}\text{C}$ in an oxygen-contg. gas atmosphere flowing at the rate of 0.1W10l/min or in an inert gas atmosphere such as N_2 , or the metallic selenium powder is heated at $\geq 400^{\circ}\text{C}$ in an oxygen-contg. gas atmosphere to sublime or vaporize the powder. Consequently, a single crystal is deposited on the whisker-forming body such as a ceramic sheet or an alumina sheet and the titled whisker is obtained.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

CONSTITUTION: The selenium oxide powder is heated

forms whiskers to
place them on plastic

Reference (2)

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A) 昭62-91500

⑤ Int. Cl.

C 30 · B 29/62
29/16

識別記号

厅内整理番号

8518-4G
8518-4G

⑫ 公開 昭和62年(1987)4月25日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑬ 発明の名称 酸化セレンウイスカーおよびその製造方法

⑭ 特願 昭60-231743

⑮ 出願 昭60(1985)10月17日

⑯ 発明者 上條 芳省 東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会社
内

⑰ 出願人 アルプス電気株式会社 東京都大田区雪谷大塚町1番7号

明細書

1. 発明の名称

酸化セレンウイスカーおよびその製造方法

2. 特許請求の範囲

- (1) 酸化セレンの単結晶からなることを特徴とする酸化セレンウイスカー。
- (2) 酸化セレン粉末を 250°C 以上の温度で加熱し、昇華もしくは蒸発せしめてウイスカー生成用体上に単結晶を析出せしめることを特徴とする酸化セレンウイスカーの製造方法。
- (3) 金属セレン粉末を酸素含有雰囲気中で 400°C 以上の温度で加熱し、昇華もしくは蒸発せしめてウイスカー生成用体上に単結晶を析出せしめることを特徴とする酸化セレンウイスカーの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〈産業上の利用分野〉

本発明は、プラスチックのフィラーその他各種用途に利用し得る酸化セレン (SeO_2) ウイスカーおよびその製造方法に関するものである。

〈従来の技術〉

金属酸化物は棒状、線状、針状、フレーク状等の形状をなすことがあり、ウイスカーと呼ばれている。ウイスカーを形成する金属酸化物としては、これまでに酸化アルミニウム (Al_2O_3) 、酸化亜鉛 (ZnO) 、酸化ベリリウム (BeO) 、酸化マグネシウム (MgO) 、酸化クロム (Cr_2O_3) 等が知られている。これらのウイスカーは、上記のような特殊な形状をなすとともに極めて強固なため、現在プラスチックのフィラーとして利用されているが、その他各種用途への利用が検討されている。

〈発明が解決しようとする問題点〉

このように、各種の金属酸化物からなるウイスカーが知られているが、酸化セレンについては未だウイスカーを形成することが知られていなかった。

本発明はこの新規な酸化セレンウイスカーを提供することを目的とするものである。

〈問題点を解決するための手段〉

本発明の第1発明は、酸化セレンの単結晶からなる酸化セレンウイスカーである。

図は一例の顕微鏡写真(30倍)で、各個体の太さは数μmないし数十μmで長さは数十μmないし数百μm程度の針状もしくは棒状の単結晶からなっている。かかるウイスカーをX線回折によって調べたところ、SeO₂ウイスカーであることが確認された。

本発明の第2発明は上記第1発明のウイスカーの製造方法であって、酸化セレン粉末を250℃以上の温度で加熱し、昇華もしくは蒸発せしめてウイスカー生成用体例えはアルミナ板、セラミック板上に単結晶を析出せしめることを特徴とする。焼成時の雰囲気は、原料が酸化物であるから、酸素もしくは空気の如き酸素含有気体あるいは窒素不活性雰囲気中のいずれでも良い。加熱焼成は、例えはアルミナ板、耐熱製ルツボ、石英容器、ステンレス等の耐熱性開口容器または蓋付容器に、上記酸化セレン粉末を入れて行なう。加熱焼成により酸化セレン粉末が

- 3 -

本法は原料として金属セレンを用いたものであるが、金属セレンの場合には、前述の酸化セレンのように250℃では酸化が進行せず、400℃以上の温度が必要である。

〈実施例〉

実施例1

SeO₂粉末(純度99.99%)をアルミナ基板に載せて、空气中で250℃にて1時間加熱し昇華または蒸発せしめて、アルミナ板上に析出せしめた。その結果、SeO₂ウイスカーを約0.06g得た。得られたSeO₂ウイスカーは棒状をなし、太さ10μm以下、長さ0.5mm以下のものであった。

実施例2

SeO₂粉末(純度99.99%、重錠0.2gr)をアルミナ板に載せて、空气中で300℃にて1時間加熱し、昇華または蒸発せしめ、前記アルミナ板上に析出せしめた。その結果、SeO₂ウイスカーを約0.10g得た。得られたウイスカーカーの太さは50μm以下、長さは1mm以下であつ

- 5 -

昇華もしくは蒸発する時、棒状または針状の単結晶を育成してウイスカーを形成するものと考えられる。

したがって、昇華もしくは蒸発が多い状態で酸化セレン粉末を加熱すれば効率良くウイスカーカーを形成することができる。

多くの試験の結果、SeO₂粉末の昇華温度は220℃程度から始まるが、ウイスカーカーの成長効果は250℃以上がよいことが判ったので、焼成温度を250℃以上と限定した。

また、雰囲気ガスの流速はSeO₂ウイスカーカーの生成速度に合わせて調整した方が良く、あまり高速でない方が良い。試験の結果によれば、0.1~10l/min程度が好ましい。

本発明の第3発明は、第1発明のウイスカーカーの他の製造方法で、金属セレン粉末を酸素含有雰囲気中で400℃以上の温度で加熱し、昇華もしくは蒸発せしめてウイスカーカー生成用体例えはアルミナ板、セラミック板上に単結晶を析出せしめることを特徴とするものである。

- 4 -

た。

実施例3

実施例2と同様のものを400℃にて1時間加熱した。その結果、SeO₂ウイスカーカーは約0.18gr得られた。このウイスカーカーの太さは100μm位、長さ2mm以下であった。この実施例ではSeO₂は消滅しており、SeO₂ウイスカーカーは容器の内周面に生成していた。このウイスカーカーが図に示した棒状のものである。

実施例4

実施例2において、アルミナ板の代りにステンレス容器を使って実施例2と同様の加熱をしたが実施例2と同様の結果が得られた。

実施例5

実施例2において、蓋付アルミナルツボを用いた場合も同様な結果が得られた。

実施例6

実施例2において空気雰囲気の代りに不活性の窒素雰囲気中で焼成しても同様な結果が得られた。

- 6 -

実施例 7

金属セレン（純度 99.9%、重量 0.3gr）をアルミナ板に載せて空気中で 400°C にて 1 時間加熱した。その結果、 SeO_2 は 0.06gr 得られた。

実施例 8

実施例 7 と同様の試料を空気中で 500°C にて 1 時間加熱した。その結果、金属セレンは消滅し、 SeO_2 ウイスカーを約 0.29gr 得た。その時のウイスカーの太さは 100 μm 以下、長さは 3mm 以下であった。

比較例 1

SeO_2 粉末（純度 99.99 %、重量 0.2gr）をアルミナ板に載せ、空気中で 220°C にて 1 時間加熱した。その結果、 SeO_2 ウイスカーの生成量はごく僅かであった。

比較例 2

金属セレン（純度 99.9%、重量 0.3gr）をアルミナ板に載せて、空気中で 250°C にて 1 時間加熱した。その結果、 SeO_2 ウイスカーは発

生していなかった。

<発明の効果>

以上説明したとおり、本発明によれば、新規な酸化セレンウイスカーを効率的に得ることができる。そして得られた酸化セレンウイスカーは、他の「ウイスカ」など同様にテラスチックのフィラーとして有用であるばかりでなく、酸化セレンの特性を利用する他の用途の開発も望まれるものである。

4. 図面の簡単な説明

図は本発明の実施例で得られた SeO_2 ウイスカーの顕微鏡写真である。

特許出願人 アルプス電気株式会社

代表者 片岡 勝太郎



- 7 -

- 8 -

手続補正書（方式）

昭和 61 年 2 月 4 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

特願通 60-231743 号

2. 発明の名稱

酸化セレンウイスカーおよびその製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 〒145 東京都大田区雪谷大塚町 1 番 7 号

名称 A09 アルプス電気株式会社

電話 東京 726-1211 (代表)

代表者 片岡 勝太郎



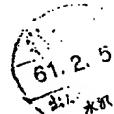
4. 補正命令の日付

昭和 61 年 1 月 8 日

(発送日 昭和 61 年 1 月 28 日)

5. 補正の対象

「図面の簡単な説明」の欄



6. 補正の内容

明細書第8頁下から2行目の「図は本発明の実施例で得られたSeO₂ ウィスカーの顕微鏡写真である。」を「図は本発明の製造方法によって得られたSeO₂ ウィスカーの結晶構造を示す30倍の顕微鏡写真である。」と補正する。